



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 433 792 B1**

12

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

Veröffentlichungstag der Patentschrift: **07.09.94**

Int. Cl.<sup>5</sup>: **C04B 35/52**

Anmeldenummer: **90123521.8**

Anmeldetag: **07.12.90**

**Verfahren zum Tempern von kohlenstoffhaltigen Rohlingen.**

Priorität: **20.12.89 DE 3941978**

**CARBON, 11, 1973, Seiten 570-574;**

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**26.06.91 Patentblatt 91/26**

**Ext. Abstr. Program - Bienn. Conf. Carbon,  
13, Seiten 68-69**

Bekanntmachung des Hinweises auf die  
Patenterteilung:  
**07.09.94 Patentblatt 94/36**

Patentinhaber: **Feist Intertec AG**  
**Dufourstrasse 34**  
**CH-2502 Biel (CH)**

Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

Erfinder: **Feist, Horst J., Ing. grad.**  
**Am Mühlgraben 7**  
**W-6969 Hardheim (DE)**

Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 080 534**  
**DE-A- 3 740 903**  
**US-A- 3 504 065**

Vertreter: **Clemens, Gerhard, Dr.-Ing.**  
**Patentanwaltskanzlei**  
**Müller, Clemens & Hach**  
**Lerchenstrasse 56**  
**D-74074 Heilbronn (DE)**

**CHEMICAL ABSTRACTS, Band 71, Nr. 10, 8.**  
**September 1969, Zusammenfassung Nr.**  
**41095u, Columbus, Ohio, US; K. MATSUO et**  
**al.: "Carbonization of a green carbon body**  
**under pressure", & TANSO 55, 114-21**

**CHEMICAL ABSTRACTS, Band 88, Nr. 26, 26.**  
**Juni 1978, Zusammenfassung Nr. 196230j,**  
**Columbus, Ohio, US; G.W. WEBER et al.:**  
**"Densification of carbon-carbon composites**  
**at 30 KSI", & EXT. ABSTR. PROGRAM -**  
**BIENN. CONF. CARBON, 13, 68-9**

**EP 0 433 792 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein verfahren zum Tem-  
pern von imprägnierten, kohlenstoffhaltigen Rohlin-  
gen, insbesondere zur Herstellung feuerfester Stei-  
ne, Graphitelektroden oder dergleichen, die mit  
Pech oder dergleichen kohlenstoffhaltigem Imprä-  
gniermittel, das oberhalb einer Grenztemperatur Tg  
von etwa 300 °C (Grad Celsius) unter Normaldruck  
(= 10<sup>5</sup> Pa (= Pascal)) Kohlenwasserstoff und ande-  
re schädliche Gase ausgast, imprägniert sind, bei  
welchem Verfahren die Rohlinge in einem Autoklav  
von Inertgas umgeben sind und auf die Temper-  
temperatur Tt erhitzt und dann abgekühlt werden,  
bei welchem die Rohlinge kalt - das heißt unterhalb  
der Grenztemperatur Tg - in einen bis zu einem  
inneren Höchstdruck Ph im Dauerbetrieb belastba-  
ren, innen inert beheizbaren kalten Autoklav gestellt  
werden, bei welchem der Autoklav dann gasdicht  
verschlossen wird, bei welchem der Autoklav dann  
evakuiert wird auf einen Vakuumdruck Pv, bei wel-  
chem der Autoklav dann mit Inertgas gefüllt wird  
bis zu einem Startdruck Ps von mindestens 10<sup>5</sup> Pa  
und bei welchem dann bei gasdichtem Abschluß  
das Innere des Autoklav auf die Tempertemperatur  
Tt erhitzt und auf der Tempertemperatur gehalten  
wird, bis die Rohlinge auf die Tempertemperatur Tt  
im wesentlichen durchgewärmt sind.

Ein solches Verfahren ist aus der US-A-  
3,504,065 bekannt. Bei diesem bekannten verfahren  
treten Schwelstoffe, schädliche Gase und derg-  
leichen Schadstoffe aus den Rohlingen aus und  
müssen entsorgt werden.

Aus der DE-A-37 40 903 ist ein Verfahren zur  
Herstellung von Kohlenstoff- oder Elektrographit-  
körpern bekannt, die zunächst eine primäre thermi-  
sche Behandlung in Wasserstoffatmosphäre unter  
erhöhtem Druck durchlaufen und anschließend eine  
Calcinierbehandlung bei weiter erhöhter Tempera-  
tur erfolgt. Dadurch lassen sich Kohlenstoff- oder  
Elektrographitkörper mit erhöhter Rohdichte und  
Festigkeit herstellen. Auch bei diesem Verfahren  
treten schädliche Gase und dergleichen Schadstof-  
fe aus den Rohlingen aus und müssen entsorgt  
werden.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein  
Verfahren anzugeben, das beim Herstellen von  
kohlenstoffhaltigen Rohlingen die Umwelt weniger  
belastet und gleichzeitig die Herstellung von koh-  
lenstoffwasserhaltigen Rohlingen mit erhöhter Ver-  
kokungsrate gewährleistet.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die  
Inertgaseinfüllung, insbesondere die vor Beginn  
des Temperns eingefüllte Inertgasfüllung, so be-  
messen ist, daß bereits bei Erreichen einer  
Schwelltemperatur Ts, die zwischen der Temper-  
temperatur Tt und der Verkokungstemperatur Tv  
liegt, bei der die Verkokung des Imprägniermittels

unter dem jeweils herrschenden Betriebsdruck Pb  
beginnt, insbesondere bereits bei Erreichen dieser  
Verkokungstemperatur Tv, der endgültige Betriebs-  
druck Pb, der fast in der Höhe des Höchstdruckes  
Ph liegt, erreicht ist und dann durch Ablassen  
überschüssigen Inertgases bis zum Erreichen der  
Tempertemperatur Tt konstant aufrechterhalten  
wird, der Betriebsdruck Pb bei Tempertemperatur  
Tt zwischen 10<sup>6</sup> und 10<sup>8</sup> Pa, insbesondere zwi-  
schen 10<sup>6</sup> und 10<sup>7</sup> Pa liegt, nach dem Durchwär-  
men der Rohlinge auf die Tempertemperatur Tt die  
Beheizung abgebrochen und das Innere des Auto-  
klavens abgekühlt wird bis auf mindestens die  
Grenztemperatur Tg, dann zum Druckausgleich  
überflüssiges Inertgas abgelassen wird und dann  
der Autoklav geöffnet und die getemperten, kalten  
Rohlinge entnommen werden.

Da nach der Erfindung die Rohlinge sich inner-  
halb des geschlossenen Autoklavs befinden, solan-  
ge sie über die Grenztemperatur erhitzt sind, fallen  
die Schadstoffe nur innerhalb des geschlossenen  
Autoklavs an und können einwandfrei kontrolliert  
werden.

Beim erfinderischen Verfahren erfolgt das  
Tempern unter Druck. Dadurch kann derjenige An-  
teil des Imprägniermittels, der beim Tempern inner-  
halb des Rohlings verkocht, also zu der Schad-  
stoffbildung nicht mehr beitragen kann, gegenüber  
sonst gleichen Temperbedingungen erhöht werden.  
Wenn man mit der Imprägnierung eine vorgegebe-  
ne Verkokung innerhalb des Rohlings erzielen will,  
wird durch die erhöhte Verkokungsrate innerhalb  
des Rohlings auch die Menge des einzusetzenden  
Imprägniermittels herabgesetzt. Das spart Kosten  
und wirkt zusätzlich im Sinne der zugrundeliegen-  
den Aufgabenstellung.

Sauerstoff kann die warme Oberfläche der  
Rohlinge oxydieren, so daß die fertig getemperten  
Rohlinge oberflächlich unbrauchbar sind. Man kann  
die betreffende Oberflächenschicht am fertig ge-  
temperten Rohling abtragen, aber das führt einer-  
seits zu Verlust und andererseits zu neuen Abmes-  
sungen und das kann man dann nicht hinnehmen,  
wenn es sich bei dem Rohling um maßlich exakt  
vorgefertigte Steine oder dergleichen handelt.

Aus diesem Grunde ist es Aufgabe einer Wei-  
terbildung, sicherzustellen, daß solche oberflächli-  
chen Oxydationen vermieden werden. Diese Wei-  
terbildung ist dadurch gekennzeichnet, daß als  
Inertgas Stickstoff eingesetzt wird. Da die Rohlinge  
außerhalb des Autoklavs kalt und innerhalb des  
Autoklavs keinem Sauerstoff ausgesetzt sind, wird  
die Oberflächenoxydation dann sicher unterbunden.

Eine weitere Verfahrensmöglichkeit besteht  
darin, daß während des Temperns zusätzlich Inert-  
gas in den Autoklav eingedrückt wird.

Es empfiehlt sich schon aus Sicherheitsgrün-  
den, daß der Innendruck des Autoklavs ständig

überwacht wird und eine Überschreitung des zulässigen Höchstdruckes  $P_h$  bzw. eines vorgegebenen, darunter liegenden maximalen Betriebsdruckes  $P_b$  durch dosiertes Ablassen von Inertgas verhindert wird.

Da die angestrebte Innenverkokung umso höher ist, je höher der Temperdruck ist, empfiehlt es sich, die diesbezüglichen Möglichkeiten des gegebenen Autoklavs auszunutzen. Das geschieht dadurch, daß die Inertgaseinfüllung, vorzugsweise die vor dem Tempern eingefüllte Inertgasfüllung, so bemessen ist, daß bei Tempertemperatur ein Betriebsdruck  $P_b$  erreicht ist, der fast in der Höhe des Höchstdruckes  $P_h$  liegt.

Die mit den Schadstoffen beladenen Inertgase, die abgelassen werden, zum Beispiel zum Überdruck-Abbau während des Temperns oder zum Druckausgleich vor dem Öffnen des Autoklavs oder aber als verbleibende Füllung des geöffneten Autoklavs, werden vorzugsweise durch thermische Nachverbrennung gereinigt, ehe sie an die Umwelt abgegeben oder weiterverwendet werden.

Es empfiehlt sich, die Inertgase, soweit nicht zur Drucksteuerung Teile vorzeitig abgelassen werden müssen, bis zur Erhaltung im Autoklav zu belassen, um dadurch die ausgedampften Schadstoffe durch Kondensation abzuscheiden, ehe der Autoklav geöffnet wird. Auf diese Weise wird die Beladung der dann freiwerdenden Inertgase reduziert und das Kondensat kann zur Weiterverarbeitung eingesammelt werden.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Innenverkokungsraten von mindestens 35 Gewichtsprozent, vorzugsweise mindestens 40 Gewichtsprozent, erzielt.

Es werden höhere Innenverkokungsraten erzielt, wenn, wie vorzugsweise vorgesehen, der Betriebsdruck  $P_b$  bei Tempertemperatur  $T_t$  zwischen  $10^6$  und  $10^8$  Pa, vorzugsweise zwischen  $10^6$  und  $10^7$  Pa, liegt. Im einzelnen sind Innenverkokungsraten erzielbar, bezogen auf das Gewicht, von über 70 % bei einem Betriebsdruck  $P_b$  bei Tempertemperatur  $T_t$  von  $10^6$  Pa. Bei  $10^7$  Pa sind sogar Innenverkokungsraten von über 80 % erzielbar.

Die Erfindung wird nun anhand von Beispielen näher erläutert.

#### VERFAHRENSBEISPIEL 1

Formgerecht vorgepreßte Rohlinge für feuerfeste Steine aus A1 = 20 Gewichtsprozent M1 = Steinkohlepech als Imprägniermittel und A2 = 80 Gewichtsprozent M2 = Kokspulver werden auf  $T_1 = 150^\circ\text{C}$  vorgewärmt und in einen Autoklav eingestellt. Die Grenztemperatur dieser Rohlinge beträgt  $T_g = 300^\circ\text{C}$ . Das Einstellen geschieht auf Paletten, die mit einem Fahrgestell in den Autoklav hineingefahren werden, wobei das Fahrgestell an-

schließend wieder herausgeholt wird. Die zulässige Innendruckbelastung des eingesetzten Autoklavs beträgt  $P_h = 10^6$  Pa.

Der Autoklav wird dann druckdicht verschlossen und auf  $P_v = 7000$  Pa evakuiert und dann mit M3 = Stickstoff unter einem Startdruck  $P_s = 2 \times 10^5$  Pa gefüllt. Dann wird mittels einer innerhalb des Autoklavs angeordneten elektrischen Heizung das Innere des Autoklavs bis auf die Tempertemperatur  $T_t = 740^\circ\text{C}$  aufgeheizt. Diese Tempertemperatur  $T_t$  ist nach  $Z_1 = 30$  Stunden Heizzeit erreicht. Dabei hat sich der Betriebsdruck  $P_b$  durch die Temperaturerhöhung und durch ausgasende Abscheidungen erhöht auf  $P_b = 7 \times 10^5$  Pa.

Dieser Betriebsdruck  $P_b$  und die Tempertemperatur  $T_t$  werden während  $Z_2 = 8$  Stunden aufrechterhalten. Dann wird die Beheizung abgeschaltet und das Innere des Autoklavs kann abkühlen. Nach  $Z_3 = 50$  Stunden ist im Inneren des Autoklavs die Temperatur auf  $T_2 = 250^\circ\text{C}$  abgefallen. Der Druck des Prozeßgases ist dabei gleichzeitig auf  $P_1 = 3,3 \times 10^5$  Pa abgesunken.

Es wird nun durch dosiertes Ablassen von überschüssigem Prozeßgas Druckausgleich geschaffen und der Autoklav wird dann geöffnet und die fertig getemperten Rohlinge werden entnommen. Sie bestehen jetzt zu 100 % aus Kokspulver. Aus dem Gewichtsverlust gegenüber dem Ausgangsgewicht errechnet sich eine Innenverkokungsrate des Pechs von  $D_1 = 52$  Gewichtsprozent.

#### VERFAHRENSBEISPIEL 2

Wie Beispiel 1 mit dem einzigen Unterschied, daß der höchste Betriebsdruck  $P_b = 7 \times 10^5$  Pa nicht erst bei Erreichen der Tempertemperatur  $T_t$ , sondern durch zusätzliches Einblasen von Stickstoff bereits bei Erreichen der Verkokungstemperatur  $T_v = 400^\circ\text{C}$  erzielt wird. Durch Abblasen überschüssigen Stickstoffs während der weiteren Aufheizung wird der erreichte Betriebsdruck  $P_b = 7 \times 10^5$  Pa aufrechterhalten bis zum Erreichen der Tempertemperatur  $T_t$  und auch während der Haltezeit  $Z_2$ .

Die Verkokungsrate ist höher als im Verfahrensbeispiel 1, nämlich  $D_1 = 56$  Gewichtsprozent.

Die Zeichnung zeigt einen innendruckbelastbaren Autoklav 1, der in Verbindung mit den Ausführungsbeispielen einsetzbar ist. Das langgestreckte Gehäuse des Autoklavs ist mit 2 bezeichnet. Dieses Gehäuse 2 ist am einen Ende geschlossen und am anderen Ende hat es eine Öffnung 3, die durch einen aufgesetzten Deckel 4 verschließbar ist. Die Öffnung 3 ist von einem kreisrunden Flansch 5 umgeben, auf den ein Flansch 6 des Deckels 4 formschlüssig paßt. Die beiden Flansche 5 und 6 werden in geschlossenem Zustand durch aufge-

setzte Krallen 7 und 8 zusammengehalten. Zwischen den beiden Flanschen 5 und 6 befindet sich ein Dichtring 9, der hydraulisch aufblasbar ist.

Das Betätigen der Krallen 7 und 8 erfolgt mit einer hydraulischen Einrichtung, deren Betätigung dahingehend gesichert ist, daß der Verschluß nur geöffnet werden kann nach erfolgtem Druckausgleich des Autoklav-Inneren zur Umgebung.

Innerhalb des Autoklavs ist eine von außen bedienbare elektrische Heizung 10 angeordnet. In den Autoklav mündet ein durch ein Ventil 12 absperrbarer Abblasstutzen 13, ein durch ein Ventil 14 absperrbarer Einblasstutzen 15 und ein mit einem Sicherheitsventil 16 ausgestatteter Überdruckausblasstutzen 17.

Innerhalb des Autoklavs sind Paletten 20, 21, 22 abgestellt, auf denen zu tempernde Rohlinge 23, 24 ... abgestellt sind.

## Patentansprüche

1. Verfahren zum Tempern von imprägnierten, kohlenstoffhaltigen Rohlingen, insbesondere zur Herstellung feuerfester Steine, Graphitelektroden oder dergleichen, die mit Pech oder dergleichen kohlenstoffhaltigem Imprägniermittel, das oberhalb einer Grenztemperatur  $T_g$  von etwa  $300^\circ\text{C}$  (Grad Celsius) unter Normaldruck (=  $10^5\text{ Pa}$  (= Pascal)) Kohlenwasserstoff und andere schädliche Gase ausgast, imprägniert sind,

- bei welchem Verfahren die Rohlinge in einem Autoklav von Inertgas umgeben sind und auf die Tempertemperatur  $T_t$  erhitzt und dann abgekühlt werden,
- bei welchem die Rohlinge kalt - das heißt unterhalb der Grenztemperatur  $T_g$  - in einen bis zu einem inneren Höchstdruck  $P_h$  im Dauerbetrieb belastbaren, innen inert beheizbaren kalten Autoklav gestellt werden,
- bei welchem der Autoklav dann gasdicht verschlossen wird,
- bei welchem der Autoklav dann evakuiert wird auf einen Vakuumdruck  $P_v$ ,
- bei welchem der Autoklav dann mit Inertgas gefüllt wird bis zu einem Startdruck  $P_s$  von mindestens  $10^5\text{ Pa}$  und
- bei welchem dann bei gasdichtem Abschluß das Innere des Autoklav auf die Tempertemperatur  $T_t$  erhitzt und auf der Tempertemperatur gehalten wird, bis die Rohlinge auf die Tempertemperatur  $T_t$  im wesentlichen durchgewärmt sind,  
**dadurch gekennzeichnet**, daß
- die Inertgaseinfüllung, insbesondere die vor Beginn des Temperns eingefüllte Inertgasfüllung, so bemessen ist, daß be-

reits bei Erreichen einer Schwelltemperatur  $T_s$ , die zwischen der Tempertemperatur  $T_t$  und der Verkokungstemperatur  $T_v$  liegt, bei der die Verkokung des Imprägniermittels unter dem jeweils herrschenden Betriebsdruck  $P_b$  beginnt, insbesondere bereits bei Erreichen dieser Verkokungstemperatur  $T_v$ , der endgültige Betriebsdruck  $P_b$ , der fast in der Höhe des Höchstdruckes  $P_h$  liegt, erreicht ist und dann durch Ablassen überschüssigen Inertgases bis zum Erreichen der Tempertemperatur  $T_t$  konstant aufrechterhalten wird,

- der Betriebsdruck  $P_b$  bei Tempertemperatur  $T_t$  zwischen  $10^6$  und  $10^8\text{ Pa}$ , insbesondere zwischen  $10^6$  und  $10^7\text{ Pa}$  liegt,
- nach dem Durchwärmen der Rohlinge auf die Tempertemperatur  $T_t$  die Beheizung abgebrochen und das Innere des Autoklavs abgekühlt wird bis auf mindestens die Grenztemperatur  $T_g$ ,
- dann zum Druckausgleich überflüssiges Inertgas abgelassen wird und
- dann der Autoklav geöffnet und die getemperten, kalten Rohlinge entnommen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1,

**dadurch gekennzeichnet**, daß als Inertgas Stickstoff eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,

**dadurch gekennzeichnet**, daß der Innendruck des Autoklavs ständig überwacht wird und eine Überschreitung des Höchstdruckes  $P_h$  bzw. eines vorgegebenen darunter liegenden maximalen Betriebsdrucks  $P_b$  durch dosiertes Ablassen von Inertgas verhindert wird.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet**, daß bereits bei Erreichen der Verkokungstemperatur  $T_v$  von  $400^\circ\text{C}$  während des Temperns zusätzlich Inertgas in den Autoklav eingedrückt wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet**, daß die Inertgase, die abgelassen werden, gereinigt werden, und zwar vorzugsweise durch thermische Nachverbrennung.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet**, daß die Beladung der Inertgase aus beim Tempern ausgedampft

ten Anteilen des Imprägniermittels im wesentlichen durch Kondensation abgeschieden werden, ehe der Autoklav geöffnet wird.

## Claims

1. Method of baking impregnated, carbon-containing green bodies, in particular for the manufacture of refractory bricks, graphite electrodes or the like, which have been impregnated with pitch or a similar carbon containing impregnating agent which, above a limiting temperature  $T_g$  of about  $300^\circ\text{C}$  (degrees centigrade) under normal pressure ( $=10^5\text{ Pa}$  (= Pascal)), releases hydrocarbon gas and other harmful gases,

- in which method the green bodies are, in an autoclave, surrounded by inert gas and are heated to the baking temperature  $T_t$  and then cooled, and
- in which the green bodies are placed cold - that is to say below the limiting temperature  $T_g$  - into a cold autoclave which can be stressed up to an internal maximum pressure  $P_h$  in continuous operation and can be heated in the interior under inert conditions, and
- in which the autoclave is then sealed gas-tight, and
- in which the autoclave is then evacuated to a vacuum pressure  $P_v$ , and
- in which the autoclave is then filled with inert gas up to a starting pressure  $P_s$  of at least  $10^5\text{ Pa}$ , and
- in which, with gas-tight sealing, the interior of the autoclave is then heated to the baking temperature  $T_t$  and held at the baking temperature until the green bodies have been substantially heated to the baking temperature  $T_t$  throughout, characterized in that
- the inert gas filling, in particular the inert gas filling introduced before the start of baking, is such that, already when a threshold temperature  $T_s$  is reached which lies between the baking temperature  $T_t$  and the coking temperature  $T_v$  at which the coking of the impregnating agent starts under the particular prevailing operating pressure  $P_b$ , especially already when this coking temperature  $T_v$  is reached, the ultimate operating pressure  $P_b$ , which is almost at the level of the maximum pressure  $P_h$ , is reached and then kept constant by letting off excess inert gas until the baking temperature  $T_t$  is reached,

- the operating pressure  $P_b$  at the baking temperature  $T_t$  is between  $10^6$  and  $10^8\text{ Pa}$ , especially between  $10^6$  and  $10^7\text{ Pa}$ ,
- after the green bodies have been heated throughout to the baking temperature  $T_t$ , the heating is stopped and the interior of the autoclave is cooled down at least to the limiting temperature  $T_g$ ,
- superfluous inert gas is then let off for balancing the pressure, and
- the autoclave is then opened and the baked, cold bodies are taken out.

2. Method according to Claim 1, characterized in that the inert gas used is nitrogen.

3. Method according to Claim 1 or 2, characterized in that the internal pressure of the autoclave is continuously monitored and exceeding the maximum pressure  $p_h$  or a preset lower maximum operating pressure  $P_b$  is prevented by controlled letting-off of inert gas.

4. Method according to one of the preceding claims, characterized in that inert gas is additionally injected into the autoclave during baking even before the coking temperature  $T_v$  of  $400^\circ\text{C}$  is reached.

5. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the inert gases let off are purified, in particular preferably by thermal after combustion.

6. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the loading of the inert gases with fractions of the impregnating agent evaporated out during baking is substantially precipitated by condensation before the autoclave is opened.

## Revendications

1. Procédé pour le recuit d'ébauches imprégnées contenant du carbone, en particulier pour la fabrication de mattes résistant au feu, d'électrodes de graphite ou autres produits de ce genre, qui sont imprégnées avec du brai ou avec une substance de ce type contenant du carbone, qui dégaze à partir d'une certaine température  $T_g$  d'environ  $300^\circ\text{C}$  (degrés Celsius) sous pression normale ( $=10^5\text{ Pa}$  (= Pascal)) des hydrocarbures et autres gaz nocifs,
- procédé par lequel les ébauches sont entourées de gaz inerte dans un autoclave et sont chauffées à une température

- de recuit Tt pour être ensuite refroidies,
- procédé par lequel on place les ébauches à froid (c'est-à-dire en dessous de la température limite Tg) dans un autoclave froid que l'on peut chauffer, dont l'atmosphère intérieure est inerte, et que l'on peut charger en continu jusqu'à atteindre une pression maximum intérieure Ph, 5
  - procédé par lequel l'autoclave est alors refermé de façon hermétique aux gaz, 10
  - procédé par lequel l'autoclave est ensuite évacué à une pression de vide Pv, 15
  - procédé par lequel l'autoclave est alors rempli d'un gaz inerte jusqu'à atteindre une pression de départ Ps d'au minimum  $10^5$  Pa et 20
  - procédé par lequel, après avoir fermé l'autoclave de façon étanche aux gaz, l'intérieur de l'autoclave est alors chauffé à la température de recuit Td et est maintenu à la température de recuit, jusqu'à ce que les ébauches soient pour l'essentiel chauffées en profondeur à la température de recuit Tt, 25
  - le remplissage par un gaz inerte, en particulier le remplissage par un gaz inerte que l'on effectue avant le début du recuit, est calculé de telle sorte que, déjà, lorsque l'on atteint une température de début de carbonisation Ts, comprise entre la température de recuit Tt et la température de cokéfaction Tv, température à laquelle la cokéfaction de l'agent de saturation débute sous la pression de fonctionnement qui règne dans ce cas, en particulier, déjà, lorsque l'on atteint cette température de cokéfaction Tv, on a atteint la pression définitive de fonctionnement Pb, qui se situe presque au niveau de la pression maximale, et on maintient la pression de fonctionnement Pb à une valeur constante, en évacuant alors les gaz inertes excédentaires jusqu'à ce que l'on ait atteint la température de recuit Tt, 30
  - la pression de fonctionnement Pb à la température de recuit Tt se trouvant comprise entre  $10^6$  et  $10^8$  Pa, en particulier entre  $10^6$  et  $10^7$  Pa, 35
  - après le chauffage en profondeur de l'ébauche à la température de recuit Tt, on interrompt le chauffage et on refroidit l'intérieur de l'autoclave en descendant jusqu'à, au minimum, la température limite Tg, 40
- puis on laisse s'échapper le gaz inerte en excès pour équilibrer la pression et
  - l'on ouvre ensuite l'autoclave et l'on enlève les ébauches refroidies qui viennent de subir le recuit. 45
2. Procédé d'après la revendication 1, caractérisé en ce que, le gaz inerte que l'on emploie est de l'azote. 50
  3. Procédé d'après les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que, l'on surveille constamment la pression intérieure de l'autoclave et que l'on empêche, par un lâchage dosé de gaz inerte, le dépassement de la pression maximale Ph ou de la pression de fonctionnement maximale Pb prédéfinie, laquelle lui est inférieure. 55
  4. Procédé d'après l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, l'on injecte déjà dans l'autoclave une quantité supplémentaire de gaz inerte lorsque l'on atteint une température de cokéfaction Tv de  $400^\circ\text{C}$  pendant le recuit.
  5. Procédé d'après l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, les gaz inertes que l'on relâche sont nettoyés, et cela, de préférence par post-combustion thermique.
  6. Procédé d'après l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, avant d'ouvrir l'autoclave, l'on extrait, essentiellement par condensation, la charge des gaz inertes provenant des constituants de l'agent de saturation que l'on a fait évaporer lors du recuit.

